Doc. 1-1 on ss 5 from WPIL using MAX

©Derwent Information

# Smoothing agent in lubricant compsn. for carding yarn - is methyl ester of higher carboxylic

#### Patent Number: DE4201978

International patents classification: B05D-005-00 D06M 013-224 D06M-015-263 D01G 029/00 D06M-013/184

#### · Abstract :

DF4201978 A At least one Me esc. r (I) of an 8-22C carboxylic acid is used as smoothing agent in the lubricant compsns. (II) Compsn. (II) contains (A) 60-90% (all pts. wt.) (I), (B) 5-39.95% emulsifiers, (C) 0.05-10% polymers (III) which are homo- and or co-polymers of acrylic and/or methacrylic acid esters having limiting viscosity (at 20 deg.C in THF) below 400 ml/g. (D) 0-10% additives.

Lubricating textile fibres for preprior of carded yarms comprises treating them with aq. emulsion having active substance content on fibre wt. 1-6% (II), partic, by spraying emulsion on the fibres.

ADVANTAGE: (I) are readily degraded biologically, unlike hydrocarbons used for same purpose, and have excellent spreading properties, unlike iso-Bu stearate (IV), leading to optimum fibre/fibre and fibre/metal friction during preprior (Dwg.0/0)

EP-587601 B At least one Me ester (1) of an 8-22C carboxylic acid is used as smoothing agent in the lubricant compsns. (II). Compsn. (II) contains (A) 60-90% (all pts. wt.) (1), (B) 5-39.95% emulsifiers, (C) 0.05-10% polymers (III) which are homo- and/or co-polymers of acrylic and/or methacrylic acid esters having limiting viscosity (at 20 deg.C in THF) below 400 ml/g. (D) 0-10% additives

Lubricating textile fibres for prepin of carded yarms comprises treating them with aq emulsion having active substance content on fibre wt. 1-6% (II), partie, by spraying emulsion on the fibres.

ADVANTAGE: (1) are readily degraded biologically, unlike hydrocarbons used for same purpose, and have excellent spreading properties, unlike iso-Bu stearate (IV), leading to optimum fibre/fibre and fibre/metal friction during preprior carded

EP-58/601 The use of one or more C8-22 fatty acid methyl esters as smoothing agents in lubricants for card spinning in admixture with 0.05 to 10% by weight, based on lubricant, of viscosity-improving homo-polymers and/or copolymers of esters of actylic acid and/or methacrylic acid having limiting viscosities (eta) below 400 ml g-1, as measured in tetrahydrofuran at 20 deg C ((Dwg 0/0))

US5439709 A The process of lubricating textile fibres in the produlof carded yarms comprises contacting the textile fibres with a lubricant compsn. consisting of a smoothing agent comprising 60-90 wt.% of a 8-22C, pref. 12-22C fatty acid methyl ester in admixt, with 0.05-10 wt.% of a viscosity enhancing homo- or copolymer of an ester of (meth)acrylic acid having a limiting viscosity below 400 ml g-(THF at 20 deg.C), w.r.t. wt. of the lubricant compsn.

Derwent Classes: A14 A87 E17 F06 H08

USE/ADVANTAGE - Process is used for lubricating textiles. Biodegradable and has good spreading power. ((Dwg 0/0))

# • Publication data :

Patent Family: DE4201978 A 19921203 DW1992-50 D06M-013/224 6p \* AP: 1992DE-4201978 19920125 WO9221809 A1 19921210 DW1992-52 D06M-015/263 Ger 22p AP: 1992WO-EP01121 19920520 DSNW: AU BR CA JP US DSRW: AT BE CHIDE DK ES FRIGBIGR IT LUMCINL SE AU9217932 A 19930108 DW1993-15 D06M-015/263 FD: Based on WO9221809 AP: 1992AU-0017932 19920520; 1992WO-EP01121 19920520 EP-587601 A1 19940323 DW1994-12 D06M-015/263 Eng FD: Based on WO9221809 AP: 1992EP-0910454 19920520; 1992WO-EP01121 19920520 DSR: AT BE CHIDE ES FR GB IT LI AU-659841 B 19950601 DW1995-30 D06M-015/263 FD: Previous Publ. AU9217932; Based on WO9221809 AP: 1992AU-0017932 19920520

EP-587601 B1 19950712 DW1995-32 D06M-015/263 Eng 9p FD: Based on WO9221809 AP: 1992EP-0910454 19920520; 1992WO-EP01121 19920520 DSR: DE ES FR GB IT

US5439709 A 19950808 DW1995-37 B05D-005/00 5p FD: Based on WO9221809 AP: 1992WO-EP01121 19920520; 1994US-0142451 19940126

DE59202885 G 19950817 DW1995-38 D06M-015/263 FD: Based on EP-587601; Based on WO9221809 AP: 1992DE-5002885 19920520; 1992EP-0910454 19920520; 1992WO-EP01121 19920520

ES2073923 T3 19950816 DW1995-39 D06M-015/263 FD: Based on EP-587601 AP: 1992EP-0910454 19920520

Priority nº: 1991DE-4117670 19910529

Covered countries : 20 Publications count 9

Cited patents: DE3936975; FR1276531; GB-680220; EP-394802;

WO9108336

# · Accession codes :

Accession Nº: 1992-408301 [50] Sec. Acc. n° CPI : C1992-181112

#### • Patentee & Inventor(s):

Patent assignee: (HENK.) HENKEL KGAA Inventor(s): BECKER W; EICKEN U; MATHIS R; ROBRAHN K; STAPPER-DRUYEN S

#### · Update codes:

Basic update code:1992-50 Equiv. update code:1992-52; 1993-15; 1994-12, 1995-30, 1995-32, 1995-37, 1995-

38; 1995-39

(1) Veröffentlichungsnummer: 0 587 601 B1

(2)

# **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

- (4) Veröffentlichungstag der Patentschrift: 12.07.95
- (a) Int. Cl.5: D06M 15/263, D06M 13/224
- (21) Anmeldenummer: 92910454.5
- (22) Anmeldetag: 20.05.92
- (6) Internationale Anmeldenummer: PCT/EP92/01121
- (97) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 92/21809 (10.12.92 92/31)
- (A) FETTSÄUREMETHYLESTER IN SCHMÄLZMITTELN FÜR STREICHGARNSPINNEREI.
- (30) Priorität: 29.05.91 DE 4117670 25.01.92 DE 4201978
- (43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 23.03.94 Patentblatt 94/12
- 45 Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung: 12.07.95 Patentblatt 95/28
- Benannte Vertragsstaaten: DE ES FR GB IT
- 66 Entgegenhaltungen: EP-A- 0 394 802 WO-A-91/08336 DE-C- 3 936 975 FR-A- 1 276 531 GB-A- 680 220

Patentinhaber: Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien

D-40191 Düsseldorf (DE)

Erfinder: BECKER, Wolfgang Nordstrasse 176 D-4050 Mönchengladbach 2 (DE) Erfinder: MATHIS, Raymond Sandstrasse 12

D-4000 Düsseldorf (DE) Erfinder: EICKEN, Ulrich Gilleshütte 39c

D-4052 Korschenbroich (DE) Erfinder: ROBRAHN, Karin

Grosse Furth 31 D-4020 Mettman (DE)

Erfinder: STAPPER-DRUYEN, Silvia

Steinmetzstrasse 23

D-4050 Mönchengladbach 1 (DE)

0

믑

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

### Beschreibung

Die Erfindung betrifft die Verwendung von C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>-Fettsäuremethylestern als Glättemittel in Schmälzmitteln für die Streichgarnspinnerei in Mischung mit Homo- und/oder Mischpolymere von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 ml·g<sup>-1</sup> in Mengen von 0,05 bis 10 Gew-% - bezogen auf Schmälzmittel. Desweiteren betrifft die Erfindung ein Verfahren zum Schmälzen von Textilfasern zur Herstellung von Streichgarnen.

Textilfasern, die zu Streichgarnen verarbeitet werden, werden vor dem Spinnen einem Krempelprozeß unterworfen. Während des Krempelns, das der Parallelisierung der Fasern sowie der Herstellung eines Faserverbandes dient, werden die Textilfasern mechanisch sehr stark beansprucht. Zur Vermeidung von Faserschädigung infolge einer hohen Reibung zwischen Fasern und Metalloberflächen (Faser/Metall-Reibung) sowie zur Erzielung einer optimalen Reibung der einzelnen Fasern untereinander (Faser/Faser-Reibung) werden daher die Textilfasern vor dem Krempeln mit einem Glättemittel enthaltenden Schmälzmittel behandelt. Schmälzmittel enthalten Glättemittel zur Vermeidung von Faserschädigung und Emulgatoren, damit sie als Emulsion appliziert werden können, sowie ggf. weitere Additive. In vielen Fällen werden Schmälzmittel mit Kohlenwasserstoffen als Glättemittel eingesetzt. Da diese Glättemittel biologisch schwer abbaubar sind, werden sie mehr und mehr durch gut abbaubare Glättemittel für Schmälzmittel, beispielsweise durch Fettsäureester, ersetzt (Textil Praxis International 1984 (8), 748-758).

Neben einer guten biologischen Abbaubarkeit ist ein gutes Spreitvermögen des Glätte- und Schmälzmittels auf der Faser unerläßlich. Schmälzmittel mit iso-Butylstearat oder 2-Ethylhexylstearat als Glättemittel sind zwar biologisch gut abbaubar, besitzen jedoch auf der Faser ein nicht zufriedenstellendes Spreitvermögen und damit verbunden keine optimale Faser/Faser- und Faser/Metall-Reibung während der Streichgarnherstellung.

In der internationalen Anmeldung WO 91/08336 werden textile Gleitmittel auf Basis von Glättemittel, Emulgatoren, Antistatika und/oder Netzmittel beschrieben, die bestimmte acrylat- und/oder methacrylathaltige Homo- und/oder Copolymere enthalten, um das Abschleudern der textilen Gleitmittel von der Faseroberfläche während der Faserherstellung und/oder -verarbeitung zu minimieren. Als Glättemittel für die textilen Gleitmittel werden auch Fettsäuremethylester genannt.

In der deutschen Patentschrift DE-C-39 36 975 werden Spulöle beschrieben, die Methylester von Fettsäuren sowie Fettalkoholpolymethacrylate enthalten. In beiden Dokumenten ist kein Hinweis auf Schmälzmittel zu finden.

In der europäischen Patentanmeldung EP-A-0 394 802 werden textile Gleitmittel und Schmälzen beschrieben, die als Glättermittel Fettsäuremethylester enthalten können. Die europäische Patentanmeldung betrifft jedoch ein Verfahren zur Reduzierung der Viskosität derartiger Schmälzen durch Zusatz von Triacetin.

Aufgabe der Erfindung bestand somit in der Entwicklung eines Schmälzmittels für die Streichgarnspinnerei, das neben einer guten biologischen Abbaubarkeit ein hervorragendes Spreitvermögen auf der Faser besitzt

Es wurde gefunden, daß die an das zu entwickelnde Schmälzmittel gestellten Anforderungen erfüllt werden, wenn  $C_{8-22}$ -Fettsäuremethylester als Glättemittel in Schmälzmitteln eingesetzt werden.

Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, Schmälzmittel auf Basis von Fettsäuremethylestern mit Viskositäten bereitzustellen, die im Bereich der Viskositäten von mineralölbasierten Schmälzmitteln liegen.

Als Viskositätsanhebung, d. h. zur Erhöhung der Viskosität des Schmälzmittels, können prinzipiell Triglyceride wie das höherviskose Rüböl oder polymere Verbindungen eingesetzt werden. Aus der deutschen Patentschrift DE-A-39 36 975 sind Spulöle bekannt, die zur Verhinderung der Abspritzneigung des Spulöls Fettalkoholpolymethacrylate enthalten. Aus der deutschen Offenlegungsschrift DE-A-39 24 160 sind Additive mit carboxylgruppenfreien Homo- und/oder Mischpolymere von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten von wenigstens 300, bevorzugt 800 ml g<sup>-1</sup> bekannt. Diese Additive vermögen aufgrund ihrer hohen Grenzviskosität das Fadenzieh- und/oder das Haftvermögen von Ölen und/oder Fetten zu verbessern.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung galt es jedoch nicht das Fadenzieh-und/oder Haftvermögen der Schmälzmittel mit den Fettsäuremethylestern zu erhöhen, sondern deren Viskosität.

Dies gelang durch Zusatz von Homo-und/oder Mischpolymeren von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 ml•g<sup>-1</sup> in Mengen von 0,05 bis 10 Gew.-% - bezogen auf Schmälzmittel - in besonderem Maße.

Gegenstand der Erfindung ist dementsprechend die Verwendung eines oder mehrerer  $C_{8-22}$ -Fettsäuremethylester als Glättemittel für die Streichgarnspinnerei in Mischung mit 0,05 bis 10 Gew.-% - bezogen auf

Schmälzmittel - der Viskositätsverbesserer Homo- und/oder Mischpolymeren von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 ml g<sup>-1</sup>, gemessen bei 20 °C in Tetrahydrofuran.

Die erfindungsgemäß verwendeten Fettsäuremethylester sind handelsübliche Produkte, die durch die an sich bekannte Veresterung der freien Fettsäure oder durch Umesterung von Fettsäuretriglyceriden mit Methanol meist in Gegenwart von sauren Katalysatoren hergestellt werden. Bevorzugt im Sinne der Erfindung werden Fettsäuremethylester, die durch Umesterung der natürlichen Triglyceride wie Kokosöl, Sojaöl, Rüböl, Sonnenblumenöl, Palmöl und Talgfett hergestellt worden sind. Die dabei anfallenden Methylester können ohne weitere Aufbereitung, nach destillativer Aufbereitung oder auch nach Hydrierung der ungesättigten Anteile verwendet werden. Demnach können Methylester von ungesättigten und/oder gesättigten Fettsäuren, vorzugsweise von Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen, wie Lauryl-, Öl-, Stearin-, Behenyl-, Linol-und/oder Linolensäure, verwendet werden.

Die Fettsäuremethylester werden in den Schmälzmitteln für die Streichgarnherstellung bevorzugt in Mengen von 50 bis 95, vorzugsweise 60 bis 90 Gew.-% verwendet.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zum Schmälzen von Textilfasern zur Herstellung von Streichgarnen, dadurch gekennzeichnet, daß die Textilfasern mit einer wäßrigen Emulsion behandelt werden, die einen Aktivsubstanzgehalt - bezogen auf das Fasergewicht - von 1 bis 6 Gew.-% Schmälzmittel enthaltend

60 bis 90 Gew.-% C8-22-Fettsäuremethylester

5 bis 39,95 Gew.-% Emulgatoren und

15

0,05 bis 10 Gew.-% Homo- und/oder Mischcopolymere von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 mg g<sup>-1</sup>, gemessen bei 20 °C in Tetrahydrofuran, und 0 bis 10 Gew.-% Additive aufweisen.

Die wesentlichen Monomerbausteine der als Viskositätsverbesserer vorgesehenen Polymerverbindungen sind ausgewählte Ester der Acrylsäure und/oder der Methacrylsäure - im folgenden der Einfachheit halber als (Meth)Acrylate bzw. (Meth)Acrylsäureester bezeichnet. Die Alkoholkomponente dieser (Meth)-Acrylate leitet sich von geradkettigen und/oder verzweigten monofunktionellen Alkoholen mit 4 bis 18 C-Atomen ab, wobei solche des C-Kettenbereichs von 6 bis 12 besonders bevorzugt sind wie n-Butyl(meth)acrylat, n-Hexyl(meth)-acrylat, n-Decyl(meth)acrylat und/oder 2-Ethylhexyl(meth)acrylat. Die Polymerverbindungen können Homopolymerisate und/oder Copolymerisate des angegebenen Typs sein, wobei im Bereich der Copolymerisate begrifflich zwei Klassen zu trennen sind. In der ersten Klasse werden unterschiedliche (Meth)Acrylate der angegebenen Definition miteinander copolymerisiert und bilden damit ein Copolymerisat. In der zweiten Klasse sind Copolymerisate solche mit Anteilen an polymerisierbaren Comonomeren, die nicht (Meth)Acrylate sind. Im letzten Fall sind höchstens etwa gleiche Mengenanteile der Comonomeren im Polymermolekül vorhanden. Zweckmäßigerweise liegt in diesem Fall der Comonomergehalt bei höchstens 35 Gew.-% und vorzugsweise bei nicht mehr als 25 Gew.-% - jeweils bezogen auf das Monomergemisch. Vergleichsweise geringe Mengen mit 5 bis 10 Gew.-% der Comonomeren im Polymermolekül können besonders zweckmäßig sein. Geeignete Comonomere der zuletzt genannten Art können beispielsweise Styrol und Styrolderivate wie Alkylstyrole, (Meth)Acrylate von monofunktionellen Alkoholen mit weniger als 4 C-Atomen, Acrylnitril, Vinylester von aliphatischen Carbonsäuren wie Vinylacetat und/oder Vinylester höherer aliphatischer Carbonsäuren mit bis zu 18 C-Atomen, die freien Methacrylsäure oder Acrylsäure, (Meth)Acrylsäureamid oder auch weitere übliche Comonomere sein. Besonders geeignete Polymere sind ausgewählt aus Copolymerisaten von (Meth)Acrylaten, abgeleitet von Alkoholen mit 6 bis 12 C-Atomen und (Meth)Acrylsäure, wobei die Copolymerisation vorzugsweise im Gewichtsverhältnis von (Meth)Acrylat:(Meth)Acrylsäure im Bereich von 85:15 bis 98,5:1,5 hergestellt worden sind, oder Copolymerisate von (Meth)acrylat, abgeleitet von Alkoholen mit 6 bis 12 C-Atomen, und Styrol und (Meth)-Acrylsäure, wobei die Copolymerisate vorzugsweise im Gewichtsverhältnis (Meth)Acrylat:(Meth)Acrylsäure im Bereich 85:15 bis 98,5:1,5 hergestellt worden sind und 2 bis 25 Gew.-% der (Meth)Acrylate durch Styrol ersetzt worden war.

Die Herstellung der Polymerverbindungen erfolgt insbesondere durch Emulsionspolymerisation in einem wäßrigen Medium. Bevorzugte Arbeitstemperaturen bei der Polymerisation liegen im Bereich von 70 °C bis 90 °C.

Die zur wäßrigen Emulsionspolymerisation eingesetzte Wasserphase enthält vorzugsweise oberflächenaktive Verbindungen, insbesondere anionische Tenside, zur Begünstigung der Wasserlöslichkeit der an sich weitgehend wasserunlöslichen Monomerverbindungen. Die Menge dieser Tenside kann beispielsweise bis zu 15 Gew.-% - bezogen auf das eingesetzte Monomere bzw. Monomergemisch - ausmachen und liegt zweckmäßigerweise im Bereich von etwa 1 bis 15 Gew.-% und insbesondere im Bereich von etwa 3 bis 10 Gew.-%, bezogen jeweils auf das Monomergewicht. Die oberflächenaktiven Verbindungen können in ihrer

Gesamtheit von Anfang an eingesetzt werden, sie können aber auch gewünschtenfalls im Verlaufe der Reaktion dem wäßrigen Medium zugegeben werden. Geeignete anionische Tenside zählen beispielsweise zu den Klassen der Alkyl- bzw. Arylsulfonate, der Alkyl- bzw. Arylsulfate und der Ethersulfate. Geeignete Beispiele sind etwa Fettalkoholsulfate wie Natriumlaurylsulfat oder entsprechende Fettalkoholethersulfate wie das Natriumsalz eines C<sub>12/14</sub>-Fettalkohol • 4 EO-Sulfats. Andere geeignete anionische Emulgatoren sind Alkylbenzolsulfonate, Alkylphenolsulfate bzw. Alkylphenolethersulfate. Eine wichtige Emulgatorenklasse sind Sulfobernsteinsäurederivate beispielsweise Dialkylsulfosuccinate oder Sulfosuccinate von alkoxylierten inbesondere ethoxylierten Alkanolen insbesondere Fettalkoholen.

Wichtig ist, daß die Reaktanten und das Reaktionssystem in adäquater Weise Sauerstoff-frei gehalten werden. Durch Spülung mit Inertgas und Durchführung der Polymerisationsreaktion unter Inertgas wird diese Bedingung in an sich bekannter Weist erfüllt. Geeignete Polymerisationskatalysatoren sind beispielsweise Ammoniumpersulfat oder Kaliumpersulfat. Bevorzugte Mengen des Katalysators liegen im Bereich von etwa 0,05 bis 0,8 Gew.-%, insbesondere im Bereich von etwa 0,1 bis 0,3 Gew.-% - bezogen auf eingesetzte Monomere.

Nach dem Verfahren der wäßrigen Emulsionspolymerisation fallen die Polymere direkt als wäßrige Emulsion an, die in dieser Form im Schmälzmittel eingesetzt werden können. Die Mengenangaben an Polymer ist stets auf Aktivsubstanzgehalt an Polymer der Emulsion bezogen, wenn keine anderen Angaben gemacht wurden.

Für den beabsichtigten Anwendungszweck dürfen die (Meth)Acrylathomo- oder copolymerisate keine zu hohe Grenzviskosität aufweisen, da ansonsten ein Fadenzug beobachtet wird und derartige Polymere nicht mehr in Wasser emulgiert werden können. Die Höchstgrenze der Grenzviskosität liegt bei 400, vorzugsweise 300 und insbesondere bei 250 ml g<sup>-1</sup>, gemessen bei 20 °C in Tetrahydrofuran. Auf der anderen Seite sollte die Grenzviskosität [eta] über 50 und insbesondere über 150 ml g<sup>-1</sup>, bestimmt nach angegebener Methode, betragen, damit in den angegebenen niederen Mengen eine Viskositätserhöhung bemerkbar ist.

Die angegebenen Grenzviskositätszahlen [eta] sind fachüblich, vergleiche hierzu Vollmert "Grundriß der makromolekularen Chemie" Band III, Seiten 55-61, Karlsruhe 1982.

Als weitere Bestandteile können die Schmälzmittel Emulgatoren, Additive wie Korrosionsschutzmittel, Antistatika, Haftvermittler, Bakterizide, Antioxidantien, pH-Wert-Regulantien und Viskositätsverbesserer enthalten.

Als Emulgatoren eignen sich nichtionische, anionische und kationische Emulgatoren, beispielsweise Partialester von Di- und/oder Triglycerin, wie Triglycerinmonooleat, alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte und/oder propoxylierte Fette, Öle,  $C_{8-22}$ -Fettsäuren,  $C_{8-22}$ -Fettsäuremono- und/oder diethanolamide, wie gegebenenfalls ethoxylierte Ölsäuremono- oder diethanolamid, alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte  $C_{8-22}$ -Fettsäuren, deren OH-Gruppe durch eine  $C_{1-4}$ -Alkoxygruppe ersetzt ist, Alkali- und/oder Ammoniumsalze von  $C_{8-22}$ -Alkylsulfonaten, Alkali- und/oder Ammoniumsalze von  $C_{8-22}$ -Alkylsulfosuccinaten, wie Natriumdioctylsulfosuccinat, und/oder Aminoxide, wie Dimethyldodecylaminoxid.

Die Schmälzmittel werden auf an sich bekannte Weise hergestellt, indem die angegebenen Bestandteile in den angegebenen Mengen bei Temperaturen zwischen 18 und 25 °C miteinander in beliebiger Reihenfolge gemischt werden. Die Polymere werden in Form ihrer wäßrigen Emulsionen eingesetzt, in der Regel als 10 bis 40 gew.-%ige Emulsionen an Aktivsubstanz.

Die wäßrige Emulsion wird bei Temperaturen zwischen 18 und 25 °C, vorzugsweise durch Sprühen auf die Textilfasern appliziert. Besonders günstig ist es, die Emulsion 6 bis 10 Stunden auf die Fasern einwirken zu lassen, bevor die Fasern gekrempelt und versponnen werden. Einzelheiten zur Behandlung von Fasern für die Herstellung von Streichgarnen ist dem Artikel "Neue Aspekte des Avivierens in der Streichgarnspinnerei" von Dr. Veitenhansl et. al. in "textil praxis international", August 1984, Seiten 748 bis 758 zu entnehmen.

Die wäßrige Emulsion wird in an sich bekannter Weise hergestellt, indem das Schmälzmittel auf Fettsäuremethylesterbasis mit Wasser bei Temperaturen zwischen 18 und 25 °C gemischt wird.

Als Textilfasern eignen sich Textilfasern natürlichen und/oder synthetischen Ursprungs, beispielsweise Wolle, Polyester oder Wolle/Polyester Mischungen. Die gegebenenfalls gefärbten Textilfasern liegen als Flocke vor.

Ein Schmälzmittel auf Fettsäuremethylesterbasis hat auf Textilfasern ein hervorragendes Spreitvermögen. Während der Streichgarnherstellung, insbesondere während des Krempel- und Spinnprozesses ist sowohl die Reibung einzelner Fasern untereinander als auch die Reibung zwischen Fasern und den Metalloberflächen optimal. Die hergestellten Streichgarne besitzen eine hohe Reißfestigkeit und eine gute Gleichmäßigkeit.

# Beispiele

#### Bestimmung des Spreitvermögens

- Auf ungefärbtes, mit Ethanol/Petrolether extrahiertes Wollgewebe (230 g/m) wurden 2 g
- A) Talgfettsäuremethylester
- B) Schmälzmittel aus
- 73,4 Gew.-% Talgfettsäuremethylester
- 4,2 Gew.-% C16/18-Fettalkohol 5 Mol Ethylenoxid
- 2,5 Gew.-% C<sub>12/14</sub>-Fettalkohol 2 Mol Ethylenoxid
  - 3,4 Gew.-% Kokosfettsäurediethanolamid
  - 5,8 Gew.-% Ölsäure 25 Mol Ethylenoxid
  - 5,8 Gew.-% Phosphorsäureester von 2-Ethylhexanol 2 Mol Ethylenoxid, Kaliumsalz
  - 0,4 Gew.-% 40 gew.-%ige Kalilauge
- 15 0,4 Gew.-% Konservierungsmittel (Mergal K11; Riedel de Häen) und
  - 4,1 Gew.-% Wasser.

20

30

35

40

Viskosität nach Ubbelohde gemäß DGF C-IV-7 bei 25 °C = 6 mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>

- C) Schmälzmittel analog B, jedoch mit lediglich 70,9 Gew.-% Talgfettsäuremethylester und zusätzlich
- 2,5 Gew.-% einer 30 gew-%igen wäßrigen Emulsion eines Polymers aus 80 Gew.-% Ethylhexylacrylat,
- 15 Gew.-% Styrol und 5 Gew.-% Methacrylsäure (= Polymer 1 aus Tabelle III). Viskosität nach Ubbelohde gemäß DGF C-IV-7 bei 25 °C = 50 mm²s<sup>-1</sup>.
  - D) Stearinsäure-isobutylester,
  - E) Stearinsäure-2-ethylhexylester,

die mit einem öllöslichen Farbstoff (Sudannot 7 B) angefärbt war, gegeben.

Anschließend wurde das Spreitvermögen des Fettsäureesters auf dem Wollgewebe im Normklima (20 °C, 65 % relative Feuchte) bestimmt. Als Maß für das Spreitvermögen wurde der Durchmesser der benetzten Fläche nach einer bestimmten Zeit herangezogen. Die Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle I zusammengefaßt (je größer die benetzte Fläche ist, um so besser ist das Spreitvermögen).

Tabelle I

Spreitvermögen						
Beispiel	Durchmesser in mm² der benetzten Fläche nach					
	1 Minute	3 Minuten	5 Minuten			
Α	38	50	56			
В	35	48	55			
С	35	45	53			
D	32	40	43			
E	28	40	43			

Aus Tabelle I ist ersichtlich, daß der reine Methylester (A), das Schmälzmittel mit ausschließlich Methylester (B) und das mit Polymeren verdickte Schmälzmittel (C) besseres Spreitvermögen haben als die aus dem Stand der Technik bekannten Fettsäureester mit anderen Alkoholresten (D, E).

# Anwendungsbeispiel

Auf 500 kg gefärbter, getrockneter, nicht avivierter Wollflocke wurden 20 kg eines Schmälzmittels mit der Zusammensetzung C in Form einer wäßrigen Emulsion (20 kg Schmälzmittel in 80 kg Wasser) durch Sprühen aufgebracht.

Nach einer Einwirkzeit von 7 Stunden wurde die Wollflocke in bekannter Weise zu Streichgarn Nm 7 verarbeitet.

Zum Vergleich wurde unter den genannten Bedingungen Wollflocke mit einem Schmälzmittel behandelt, das anstelle von 70,9 Gew.-% Talgfettsäuremethylester und 2,5 g Polymeremulsion 73,4 Gew.-% Stearinsäure-isobutylester oder 73,4 Gew.-% Stearinsäure-2-ethylhexylether enthielt.

Die elektrostatische Aufladung der behandelten Wollflocke wurde am Ausgang der Krempel mit einem Feldstärkemeßgerät der Firma Eltex nach der Induktionsstrommethode (Meßabstand 100 mm) gemessen.

# EP 0 587 601 B1

Die Messungen der Garnreißfestigkeit (cN/tex) und der Dehnung (%) wurden mit einem Statimat M der Firma Textechno im Normklima (20 °C, 65 % relative Feuchte) durchgeführt.

Die Garnungleichmäßigkeit des Streichgarns wurde mit einem Uster Tester III der Firma Zellweger-Uster im Normklima (20 °C, 65 % relative Feuchte) gemessen.

Die Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle II zusammengefaßt:

# Tabelle II

10	Schmälzmittel, enthaltend als Fettsäureester	elektrostatische Aufladung KV/m	Garnreißfestigkeit cN/tex	Dehnung %	Garnungleichmäßigkeit %
	Talgfettsäuremethylester zum Vergleich: Stearinsäureisobutylester	-5 -4	0, <b>4</b> 6 0,38	16,3 17,0	12,5 13,0
15	Stearinsäure-2-ethylhexylester	-5	0,40	14,8	14,2

Anstelle des in Schmälzmittels C eingesetzten Polymers können auch folgende (siehe Tabelle 3) eingesetzt werden. Sie liefern ein Spreitvermögen und in den Anwendungstest vergleichbare Ergebnisse. Die Polymere wurden hergestellt, indem man in einem Dreihalskolben versehen mit Rührer, Rückflußkühler, Tropfrichter 690 g demineralisiertes Wasser, 10 g Diethylhexylsulfosuccinat-Natriumsalz (als 75 %ige wäßrige Lösung) und 0,2 g Ammoniumperoxodisulfat vorlegte und auf 80 °C erhitzte. Dazu wurden 300 g der Monomerenmischung gemäß Tabelle III zugegeben und eine Stunde bei 80 °C nachgerührt. Man erhielt feinteilige wäßrige Polymer-Emulsionen.

Die Grenzviskositäten der Polymeren wurden in Tetrahydrofuran bei 20 °C bestimmt.

30

35

40

45

50

Tabelle III: Polymere und Grenzviskosität [eta]

5		Zusammensetzung in Gew%	Grenzviskosität in THF bei 20°C
10	1	80 Ethylhexylacrylat 15 Styrol 5 Methacrylsäure	180
15	2	90 n-Butylacrylat 10 Methacrylsäure	350
20	3	97,5 Ethylhexylmethacrylat 2,5 Methacrylsäure	240
25	4	65 Ethylhexylmethacrylat 30 n-Decylmethacrylat 5 Methacrylsäure	200
3 <i>0</i> 35	5	40 Ethylhexylacrylat 50 n-Butylacrylat 10 Acrylsäure	170

# 40 Patentansprüche

- 1. Verwendung eines oder mehrerer C<sub>8-22</sub>-Fettsäuremethylester als Glättemittel in Schmälzmitteln für die Streichgarnspinnerei in Mischung mit 0,05 bis 10 Gew.-%-bezogen auf Schmälzmittel der Viskositätsverbesserer Homo- und/oder Mischpolymeren von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 ml g<sup>-1</sup>, gemessen bei 20 °C in Tetrahydrofuran.
- Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ungesättigte und/oder gesättigte C<sub>12-22</sub>-Fettsäuremethylester verwendet werden.
- 3. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Fettsäuremethylester in Mengen von 50 bis 95, vorzugsweise 60 bis 90 Gew.-% bezogen auf Schmälzmittel verwendet werden.
- 4. Verfahren zum Schmälzen von Textilfasern zur Herstellung von Streichgarnen, dadurch gekennzeichnet, daß die Textilfasern mit einer wäßrigen Emulsion behandelt werden, die einen Aktivsubstanzgehalt bezogen auf das Fasergewicht von 1 bis 6 Gew.-% Schmälzmittel enthaltend 60 bis 90 Gew.-% C<sub>8-22</sub>-Fettsäuremethylester 5 bis 39,95 Gew.-% Emulgatoren und

# EP 0 587 601 B1

0,05 bis 10 Gew.-% Homo- und/oder Mischcopolymere von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 mg g<sup>-1</sup>, gemessen bei 20 °C in Tetrahydrofuran, und 0 bis 10 Gew.-% Additive aufweisen.

- Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Alkoholkomponente der (Meth)-Acrylsäureester sich von geradkettigen und/oder verzweigten monofunktionellen Alkoholen mit 4 bis 18, vorzugsweise 6 bis 22 C-Atomen, ableiten.
- 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischpolymerisate der (Meth)Acrylsäureester bis 35, vorzugsweise bis 25 und insbesondere 5 bis 10 Gew.-% bezogen auf Monomergemisch polymerisierbare Comonomere enthalten.
  - 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischpolymerisate Copolymerisate von (Meth)Acrylsäureester von Alkoholen mit 6 bis 12 C-Atomen und (Meth)Acrylsäure oder (Meth)Acrylsäureester von Alkoholen mit 6 bis 12 C-Atomen, (Meth)Acrylsäure und Styrol sind.
  - 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die (Meth)Acrylsäureester Grenzviskositäten [eta] unter 300, vorzugsweise unter 250 und bevorzugt über 50 und insbesondere über 150 ml g<sup>-1</sup> bei 20 °C in Tetrahydrofuran, aufweisen.
  - Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Emulsion auf die Textilfasern gesprüht wird.

#### Claims

25

15

 The use of one or more C<sub>8-22</sub> fatty acid methyl esters as smoothing agents in lubricants for card spinning in admixture with 0.05 to 10% by weight, based on lubricant, of viscosity-improving homopolymers and/or copolymers of esters of acrylic acid and/or methacrylic acid having limiting viscosities [eta] below 400 ml g<sup>-1</sup>, as measured in tetrahydrofuran at 20 °C.

30

- The use claimed in claim 1, characterized in that unsaturated and/or saturated C<sub>12-22</sub> fatty acid methyl esters are used.
- 3. The use claimed in claim 1 or 2, characterized in that the fatty acid methyl esters are used in quantities of 50 to 95% by weight and preferably in quantities of 60 to 90% by weight, based on lubricant.
  - 4. A process for lubricating textile fibres for the production of carded yarns, characterized in that the textile fibres are treated with an aqueous emulsion which has an active substance content, based on fibre weight, of 1 to 6% by weight of lubricants containing

40 60 to 90 % by weight  $C_{B-22}$  fatty acid methyl esters,

- 5 to 39.95% by weight emulsifiers and
- 0.05 to 10 % by weight homopolymers and/or copolymers of esters of acrylic and/or methacrylic acid having limiting viscosities [eta] below 400 ml  $g^{-1}$ , as measured in tetrahydrofuran at 20 °C, and 0 to 10 % by weight additives.

- A process as claimed in claim 4, characterized in that the alcohol component of the (meth)acrylates is derived from straight-chain and/or branched monofunctional alcohols containing 4 to 18 and preferably 6 to 22 C atoms.
- 6. A process as claimed in claim 4 or 5, characterized in that the copolymers of the (meth)acrylates contain up to 35% by weight, preferably up to 25% by weight and, more preferably, from 5 to 10% by weight, based on monomer mixture, of polymerizable comonomers.
- 7. A process as claimed in any of claims 4 to 6, characterized in that the copolymers are copolymers of (meth)acrylates of alcohols containing 6 to 12 carbon atoms and (meth)acrylic acid or (meth)acrylates of alcohols containing 6 to 12 carbon atoms, (meth)acrylic acid and styrene.

#### EP 0 587 601 B1

- 8. A process as claimed in any of claims 4 to 7, characterized in that the (meth)acrylates have limiting viscosities [eta] below 300, preferably below 250 and above 50 and preferably above 150 ml g<sup>-1</sup>, as measured in tetrahydrofuran at 20 °C.
- 5 9. A process as claimed in claim 4, characterized in that the aqueous emulsion is sprayed onto the textile fibres

#### Revendications

15

25

30

35

- 1. Utilisation d'un ou plusieurs esters méthyliques d'acides gras en C<sub>8-22</sub> comme agent lubrifiant dans des agents d'ensimage de filature de fils cardés en mélange avec 0,05 à 10 % en poids rapporté à l'agent d'ensimage, d'améliorants de la viscosité qui sont des homo- et/ou copolymères d'esters d'acide acrylique et/ou d'acide méthacrylique avec des viscosités limites [eta] inférieures à 400 ml g<sup>-1</sup>, mesurées à 20 °C dans le tétrahydrofurane.
  - Utilisation selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'on utilise des esters méthyliques insaturés et/ou saturés d'acides gras en C<sub>12-22</sub>.
- 3. Utilisation selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce qu'on utilise des esters méthyliques d'acide gras en des quantités de 50 à 95, de préférence 60 à 90 % en poids, rapportées à l'agent d'ensimage.
  - 4. Procédé d'ensimage de fibres textiles pour produire des fils cardés, caractérisé en ce qu'on traite les fibres textiles avec une émulsion aqueuse qui a une teneur en substance active, rapportée au poids de fibre, de 1 à 6 % en poids d'agent d'ensimage comprenant : 60 à 90 % en poids d'ester méthylique d'acide gras en C<sub>8-22</sub>, 5 à 39,95 % en poids d'émulsionnants et,
    - 0,05 à 10 % en poids d'homo- et/ou copolymères d'acrylates et/ou de méthacrylates ayant des viscosités limites [eta] inférieures à 400 mg g<sup>-1</sup>, mesurées à 20 °C dans le tétrahydrofurane, et, 0 à 10 % en poids d'additifs.
    - 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que les composants alcool des esters d'acides (méth)acryliques dérivent des monoalcools à chaîne droite et/ou ramifiés de 4 à 18, de préférence 6 à 22 atomes de C.
  - 6. Procédé selon l'une des revendication 4 ou 5, caractérisé en ce que les copolymères des esters d'acides (méth)acryliques comprennent jusqu'à 35, de préférence jusqu'à 25 et notamment 5 à 10 % en poids de comonomères polymérisables, rapportés au mélange de monomères.
- 40 7. Procédé selon l'une des revendications 4 à 6, caractérisé en ce que les copolymères sont des copolymères de (méth)acrylates d'alcools ayant de 6 à 12 atomes de C et d'(acide méth)acrylique ou de (méth)acrylates d'alcools ayant de 6 à 12 atomes de C, d'acide (méth)acrylique et de styrène.
- 8. Procédé selon l'une des revendications 4 à 7, caractérisé en ce que les viscosités limites [eta] des (méth)acrylates sont inférieures à 300, de préférence inférieures à 250 et de préférence supérieures à 50 et notamment supérieures à 150 ml.g<sup>-1</sup> à 20 °C dans le tétrahydrofurane.
  - Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce qu'on pulvérise l'émulsion aqueuse sur les fibres textiles.

55